

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(Reference 2)

(11)Publication number : 04-198500  
(43)Date of publication of application : 17.07.1992

(51)Int.Cl. C25F 1/04

(21)Application number : 02-331847 (71)Applicant : NEOS CO LTD  
NIPPON BOSHOKU KOGYO KK  
(22)Date of filing : 28.11.1990 (72)Inventor : SAMEJIMA TEIICHIRO  
SUZUKI NORIO  
KATAOKA KUNIMU  
ONISHI KENJI

## (54) WASHING OF METAL BASE BODY

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To wash a metal base body stuck with a different metal soil in a corrosion inhibiting condition by dipping a treated base body and a pair of electrode in an electrolytic solution, connecting to a prescribed DC power source apparatus, and reversing the polarity of the apparatus at a point that a measured corrosion inhibition potential of the base body on a reference electrode is coincident with a set corrosion inhibition potential

**CONSTITUTION:** In the electrolytic solution in such that a natural potential of the metal soil is equal to or smaller than the corrosion inhibition potential of the metal base body, the treated base body and the pair of electrodes of Pt, etc., are dipped and the positive terminal of the automatic constant potential DC power source being reversibly in polarity is connected to the base body and the negative terminal is connected to the pair electrodes. Until the corrosion inhibition potential of the base body measured with the reference electrode of a saturated calomel electrode, etc., provided in the vicinity of the base body is coincident with the corrosion inhibition potential being set on the power source of the base body, the soil only is dissolved and removed by flowing a DC current from the metal soil only. At the point that the measured corrosion inhibition potential is coincident with the set corrosion inhibition potential, the polarity of the power source is automatically reversed and the electric current being necessary to maintain the corrosion inhibition potential is flowed from the paired electrodes and the base body is perfectly protected from the corrosion.

(Cited Reference 2)

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

平4-198500

⑩ Int. Cl. 5

C 25 F 1/04

識別記号

府内整理番号

7047-4K

⑭ 公開 平成4年(1992)7月17日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑤ 発明の名称 金属製基体の洗浄法

⑥ 特願 平2-331847

⑦ 出願 平2(1990)11月28日

⑧ 発明者 鮫島 貞一郎

兵庫県神戸市東灘区住吉浜町12番地 株式会社ネオス内

⑨ 発明者 鈴木 法夫

兵庫県神戸市東灘区住吉浜町12番地 株式会社ネオス内

⑩ 発明者 片岡 国幸

埼玉県川口市戸塚東2-3-30

⑪ 発明者 大西 健次

東京都多摩市鶴牧3-13-1-104

⑫ 出願人 株式会社ネオス

兵庫県神戸市中央区加納町6丁目2番1号

⑬ 出願人 日本防蝕工業株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目6番4号

⑭ 代理人 弁理士 青山 葵

外1名

#### 明細書

##### 1. 発明の名称

金属製基体の洗浄法

##### 2. 特許請求の範囲

1. 異種金属汚染物が付着した金属製基体を電気化学的に洗浄する方法において、

(金属汚染物の自然電位が金属製基体の防食電位に等しいかまたは卑な自然電位になるような電解液中に被処理基体とその対極を浸漬し、

被処理基体と対極との間に極性反転自在な自動定電位式直流電源装置を配設し、該直流電源装置のプラス端子およびマイナス端子をそれぞれ被処理基体および対極に接続し、

予め被処理基体に近接して配設された照合電極によって計測される金属製基体の防食電位が、該直流電源装置に設定された金属製基体の防食電位に一致するまでは金属汚染物のみから直流電流を流すことによって該汚染物のみを溶解させ、

該計測防食電位が該設定防食電位に一致した時点で、該直流電源装置の極性を反転させ、

金属製基体の防食電位を維持するのに必要な電流を対極から金属製基体へ流すことを特徴とする

##### 金属製基体の洗浄法。

##### 3. 発明の詳細な説明

##### 産業上の利用分野

この発明は、異種金属汚染物が付着した金属製基体を電気化学的に洗浄する方法に関する。

この明細書において使用する「金属製基体」とは、合金を包含する金属製の各種の物品(部品、部材、付属具、装置、器具等)および有形原材料等を意味し、また、「異種金属汚染物」とは、金属製基体の表面に付着する該基体とは異なる種類の合金または金属汚染物を意味する。

##### 従来の技術

各種の金属製基体の表面にはその使用過程、製造工程および加工過程等において異種金属汚染物が付着する場合があり、その除去が問題となる。

例えば、各種の金属蒸着装置類を使用する半導体製造工程においては、半導体素子の表面だけでなく、その付近に存在するツール類(防着板、ド

ーム、シャッター、マスク等)の表面にも金属蒸着物が付着して堆積する。このような金属蒸着物の堆積量が多くなると、ツール類の本来の機能が損なわれるだけでなく、該蒸着堆積物がツール類の表面から剥離して半導体素子の表面へ付着して不良品をもたらすので、該ツール類は蒸着堆積物の量が多くならないうちに洗浄処理に付されなければならない。

この種のツール類の洗浄には、通常は腐食性の強い薬品(例えば、塩酸、硝酸、塩化第二鉄、フッ化水素酸等)が使用されるために、ツール類自体の腐食も同時に発生し、ツール類の可使寿命の短縮や加工精度の低下が問題となる。このような問題を回避するためには、ツール類の表面から蒸着堆積物が溶解除去されると同時にツール類を洗浄液から引き上げ、水洗等の後処理に付せばよい。

しかしながら、実際の洗浄過程においては、作業性や洗浄コスト等の観点から、蒸着堆積物の量が相違する多数個のツール類を、洗浄能や液温等が異なる洗浄液を用いて処理するために、洗浄完

了時間が一定せず、堆積物の完全な溶解除去を適時に判別することは極めて困難である。

このため当該分野においては、ツール類自体の完全な防食は实际上は不可能な状況にあり、その解決策が要請されている。

#### 発明が解決しようとする課題

この発明はこのような事情に鑑み、異種金属汚染物が付着した金属製基体を、該基体を完全に防食した状態で洗浄する方法を提供するためになされたものである。

#### 課題を解決するための手段

即ちこの発明は、

異種金属汚染物が付着した金属製基体を電気化学的に洗浄する方法において、

金属汚染物の自然電位が金属製基体の防食電位に等しいかまたは卑な自然電位になるような電解液中に該被処理基体とその対極を浸漬し、

被処理基体と対極との間に極性反転自在な自動定電位式直流電源装置を配設し、該直流電源装置のプラス端子およびマイナス端子をそれぞれ被処

理基体および対極に接続し、

予め被処理基体に近接して配設された照合電極によって計測される金属製基体の防食電位が、該直流電源装置に設定された金属製基体の防食電位に一致するまでは金属汚染物のみから直流電流を流すことによって該汚染物のみを溶解させ、

該計測防食電位が該設定防食電位に一致した時点で、該直流電源装置の極性を反転させ、

金属製基体の防食電位を維持するのに必要な電流を対極から金属製基体へ流すことを特徴とする金属製基体の洗浄法に関する。

本発明においては、金属製基体の洗浄液として、金属汚染物の自然電位が金属製基体の防食電位に等しいかまたは卑な自然電位になるような電解液を使用する。

例えば、チタンが付着したステンレス鋼製基体の洗浄には $H_2NHF$ 水溶液を使用し、ステンレス鋼が付着したチタン製基体の洗浄には $FeCl_3$ 水溶液を使用し、また、鉛が付着したモリブデン製基体の洗浄にはホウフッ化水素酸- $H_2O_2$

水溶液を使用する。

電解液の濃度は通常5~50%であり、また、液温は通常、室温~80°Cである。

このような電解液中に被処理基体と共に浸漬する対極としては白金、金、チタン、カーボン等の耐久性電極が例示される。

上記の電解液中に浸漬した被処理基体と対極とは極性反転自在な自動定電位式直流電源装置を介して電気的に接続される。この場合、該直流電源装置のプラス端子を被処理基体に接続し、マイナス端子を対極に接続する。

上記のようにして構成される電気回路において、予め被処理基体に近接して配設された照合電極によって計測される金属製基体の防食電位が、該直流電源装置に設定された金属製基体の防食電位に一致するまでは金属汚染物のみから直流電流を流すことによって該汚染物のみを溶解除去させる。

照合電極としては、飽和甘汞電極、銀-塩化銀電極、水素電極等が例示される。該設定電位は電解環境や液温などにより異なるが通常、金属製基

体の自然電位よりも約200～500mV卑な電位に選定される。

上記の計測防食電位が設定防食電位に一致した時点で、直流電源装置の極性は自動的に反転し、マイナス端子が被処理基体に接続し、プラス端子が対極に接続した電気回路が構成される。この回路において、金属製基体の防食電位を維持するのに必要な電流を対極から金属製基体へ流すことによって該基体は完全に防食保護される。

以下、本発明を実施例によって説明する。

#### 実施例1

チタン蒸着膜(膜厚:100μ)が付着した試験基体(材質:SUS304;寸法:30mm×50mm×1mm)および白金対極をHF-NH<sub>4</sub>F水溶液(濃度:HF 3.5%、NH<sub>4</sub>F 6.5%;液温:25°C)中に浸漬し、極性反転自在な自動定電位式直流電源装置のプラス端子およびマイナス端子をそれぞれ試験基体および対極に接続し、また、照合電極(飽和甘汞電極)を試験基体に近接して配設することによって、試験基体の自然電位および防食電位

並びにチタン蒸着膜の自然電位を測定し、これらの値を表-1に示す。

直流電源装置における試験基体の設定防食電位を-650mVとして15分間電解洗浄をおこない、チタン蒸着膜の電解量および試験基体の腐食量を測定し、結果を表-1に示す。

#### 実施例2～4

表-1に示す条件下において、実施例1の操作手順に準拠して、金属汚染物が付着した試験基体の電解洗浄をおこなった。結果を表-1に示す。

#### 比較例1～4

電解をおこなわない以外はそれぞれ実施例1～4と同様の条件下で試験基体の洗浄をおこなった。結果を表-1に示す。

#### 発明の効果

この発明によれば、異種金属汚染物が付着した金属製基体を、該基体を完全に防食した状態で簡易迅速に洗浄することができる。

特許出願人 株式会社ネオス ほか1名  
代理人 弁理士 青山 蔡 ほか1名

洗浄条件および 洗浄結果	実施例				モリブデン 鉛
	1	2	3	4	
金属製基体 汚染蒸着膜	SUS 304 チタン	SUS 304 チタン	SUS 304 アルミニウム	SUS 304 鉛	モリブデン 鉛
洗 清 液	HF(3.5%)- NH <sub>4</sub> F(6.5%) 水溶液 (25°C)	10% FeCl <sub>3</sub> 水溶液 (25°C)	10% FeCl <sub>3</sub> , 水溶液 (15°C) H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1%) 水溶液(40°C)	ホウファ化水 素酸(17%)- H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1%) 水溶液(40°C)	
対 極	白金	白金	白金	白金	白金
照合電極	飽和甘汞 電極	飽和甘汞 電極	飽和甘汞 電極	飽和甘汞 電極	飽和甘汞 電極
基体の自然電位(mV)	-4.40	+5.40	+2.0	+3.10	
蒸着膜の自然電位(mV)	-11.60	+2.0	-7.80	-3.80	
設定防食電位(mV)	-6.50	+10.0	-6.00	-1.00	
蒸着膜の電解量(1) (mg/100cm <sup>2</sup> /15分間)	19.60 (15.46)	2.30 (3.6)	7.30 (3.60)	2.500 (17.90)	
基体の腐食量(1) (mg/100cm <sup>2</sup> /15分間)	0 (3.3)	0 (3.5)	0 (3.6)	0 (2.10)	

(1) 指頭内の値は非電解条件下での溶解量(比較例)を示す。